

Pengujian daya serap pigmen terhadap minyak dengan metode spatula Rub-out

Latar belakang

Pigmen merupakan bahan pewarna bersifat lengai (*inert*) yang digunakan untuk memberikan warna pada tinta cetak, cat dan pelapis, plastik, karet, serat sintetik, kertas, krayon, kosmetik, dan penggunaan lainnya. Ada dua macam pigmen, yaitu pigmen anorganik dan organik. Pigmen anorganik dibagi menjadi pigmen berwarna dan pigmen putih (lihat lampiran). Pigmen berwarna dibedakan menjadi pigmen sintetik, misalnya krom oksida, besi oksida, krom titanat dan nikel titanat; dan pigmen alam misalnya magnetik, hematit, dan oker. Pigmen putih terbagi menjadi dua, legap (*opaque*), misalnya titan dioksida, seng oksida; dan *non-opaque*, misalnya kalsium karbonat dan kaolin. Adapun pigmen organik terbagi dua, yaitu *lake* (pigmen organik ditambah ekstender anorganik) dan *toners* (100 % pigmen organik). Pigmen organik biasanya lebih cerah, lebih murni, dan lebih banyak variasi warnanya, tetapi kurang tahan terhadap sinar matahari dan bahan kimia serta lebih mahal dibandingkan dengan pigmen anorganik. Di antara pigmen-pigmen tersebut ada yang dihasilkan dari proses pengolahan bahan galian industri yang didapat di alam. Pigmen yang dihasilkan dari proses pengolahan mineral tertentu, baik dengan cara fisika maupun kimia, sebelum digunakan harus diuji sifat fisik dan kimianya. Salah satu sifat fisik pigmen yang penting untuk diketahui, yaitu daya serapnya terhadap minyak. Salah satu cara untuk mengukur daya serap pigmen terhadap minyak adalah dengan menggunakan metode *Spatula Rub-Out*. Oleh karena itu, metode ini perlu distandarkan.

Daftar isi

	Halaman
1. Ruang lingkup	1 dari 4
2. Acuan	1 dari 4
3. Prinsip	1 dari 4
4. Bahan	1 dari 4
5. Peralatan	2 dari 4
6. Prosedur	2 dari 4
7. Penghitungan	3 dari 4
8. Pelaporan	4 dari 4

Pengujian daya serap pigmen terhadap minyak dengan metode spatula *Rub-Out*

1. Ruang lingkup

Standar ini meliputi acuan, definisi, prinsip, bahan, peralatan, prosedur, perhitungan, dan pelaporan untuk pengujian daya serap pigmen terhadap minyak dengan metode Spatula *rub-out*.

2. Acuan :

ANSI/ASTM : D 281-31 (1974), *Standard Test Method for Oil Absorption of Pigments By Spatula Rub-Out*.

Referensi :

- a. Huber J.M., (1955), *Kaolin Clays and Their Industrial Uses*, New York.
- b. Indian Standar : 548 (Part I), (1964, *Method of Sampling and Test for Oils and Fats*, New Delhi.

3. Prinsip

Daya serap pigmen terhadap minyak pada prinsipnya adalah penentuan jumlah minyak yang ditambahkan tetes demi tetes ke permukaan pigmen yang diaduk maju mundur dengan ujung spatula secara perlahan-lahan sampai terbentuk pasta lunak dan kaku yang tidak patah atau terpisah.

4. Bahan

Bahan yang digunakan adalah minyak biji-bijian (*linseed oil*) yang jernih (bebas kotoran) dengan angka keasaman berkisar antara 1 -- 3.

5. Peralatan

Peralatan yang digunakan untuk pengujian terdiri atas :

- a. lempengan kaca atau marmer,
- b. botol penetes yang dihubungkan dengan pipet yang dilengkapi dengan bola karet, dan
- c. spatula terbuat dari besi tahan karat.

6. Prosedur

- a. Timbang dan catat dengan teliti pigmen kering udara yang sudah teraduk sempurna 1 g atau kelipatan dari berat itu (W_1) .
- b. Tempatkan pigmen di atas permukaan sebuah lempengan kaca atau marmer.
- c. Timbang dan catat dengan teliti sebuah botol penetes lengkap dengan pipet dan bola karet yang sudah diisi minyak biji-bijian yang jernih (W_2) dan catat angka keasamannya.
- d. Tambahkan minyak biji-bijian secara perlahan, tetes demi tetes (dengan menggunakan pipet) ke permukaan pigmen.
- e. Aduk pigmen yang ditetesi minyak maju mundur dengan menggunakan spatula sehingga pigmen menggumpal menjadi satu dengan minyak. Hentikan pengadukan bila minyak dan pigmen telah menyatu membentuk pasta lunak dan kaku yang tidak patah atau terpisah.
- f. Timbang dan catat botol dan minyak tersisa dengan teliti (W_3).
- g. Tentukan berat minyak yang digunakan dengan cara menghitung selisih antara W_2 dan W_3 .

Catatan :

1. Berat contoh (pigmen) yang digunakan tergantung pada berat jenis, kehalusan, dan karakteristik lainnya. Jumlah contoh harus cukup banyak sehingga paling sedikit 1 gram minyak yang dibutuhkan.

2. Penggunaan botol penetes untuk penimbangan minyak biji-bijian dapat diganti dengan sebuah buret berskala yang dapat mengalirkan minyak tetes demi tetes. Berat minyak dalam gram dapat diperoleh dengan mengalikan volume minyak biji-bijian yang digunakan (ml) dengan berat jenis minyak.
3. Perlu diperhatikan bahwa minyak biji-bijian yang digunakan pada pengujian ini harus mempunyai nilai keasaman yang sama, baik pada pengujian yang sifatnya untuk membandingkan (*comparative*) maupun pengujian yang dilakukan secara bersamaan (*simultaneous*).
4. Walaupun minyak biji-bijian sudah menjadi ketetapan cairan lainnya seperti minyak yang sudah diolah (*refined oil*) dapat digunakan untuk keperluan pengujian ini.
5. Pengujian ini dapat juga digunakan untuk menguji daya serap beberapa mineral antara lain kaolin, barit, diatome, kapur, mika, muskovit, talk dan wollastonit terhadap minyak biji-bijian.

7. Penghitungan

Hitung daya serap pigmen terhadap minyak dengan rumus sebagai berikut.

$$A = \left(\frac{W_2 - W_3}{W_1} \right) \times 100$$

Keterangan:

A adalah daya serap pigmen terhadap minyak (gram minyak/100 gram pigmen)

W_2 adalah berat botol penetes lengkap dengan bola karet berisi minyak biji-bijian (gram)

W_3 adalah berat botol penetes lengkap dengan bola karet berisi minyak biji-bijian yang tersisa (gram)

W_1 adalah berat pigmen yang diuji (gram)

9. Pelaporan

Pelaporan data hasil penentuan daya serap pigmen terhadap minyak dengan metode *Spatula Rub-Out* dapat dibuat dalam bentuk seperti tabel 1.

Tabel 1. Contoh data hasil penentuan daya serap pigmen terhadap minyak dengan menggunakan metode *Spatula Rub-Out*

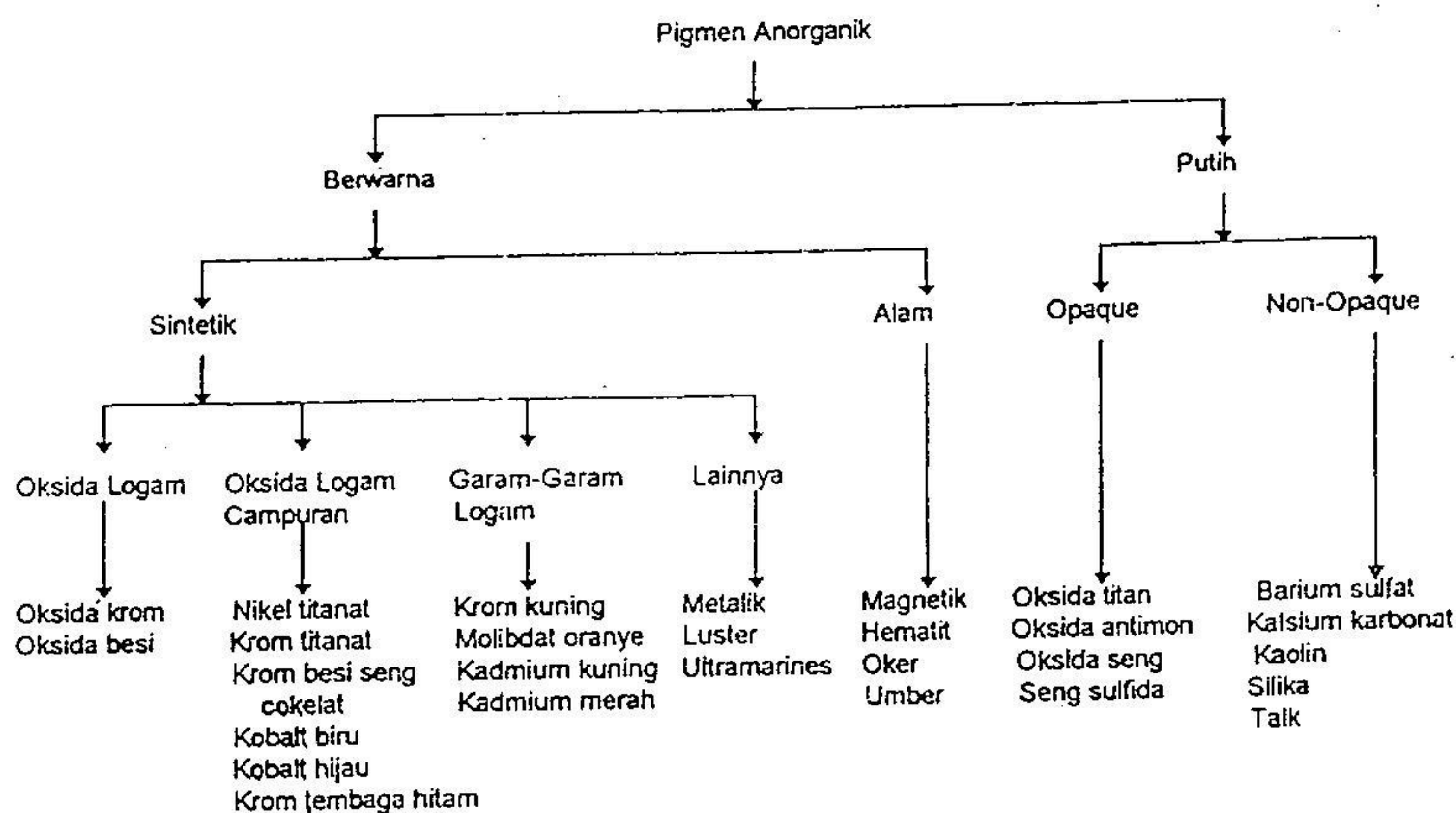
LEMBAR DATA

Nama/jenis contoh : Pigmen
 Asal contoh :
 Warna contoh :
 Metode pengukuran : *Spatula Rub-Out*
 Nama teknisi :
 Tgl/bln/th. pengujian :

No	<i>Raw linseed oil</i> (minyak biji-bijian mentah)	Pigmen	
		W_1 (gram)	Daya serap (gram minyak/100 gram pigmen)
	$W_2 - W_3$ (gram)		
1	a	b	$a/b \times 100$

LAMPIRAN

Pembagian Pigmen Anorganik Secara Umum



Cara pembuatan larutan alkali standar dan standardisasi normalitasnya

Daftar isi

	Halaman
Pendahuluan	I
Daftar isi	ii
1 Ruang lingkup	1
2 Acuan	1
3 Definisi	1
4 Cara pembuatan larutan standar NaOH	1
5 Standardisasi normalitas larutan NaOH	3

Pendahuluan

Standar Nasional Indonesia ini diangkat untuk menyeragamkan tata cara pembuatan dan standardisasi larutan standar alkali yang banyak dipergunakan dalam kegiatan kelaboratoriuman.

Penyeragaman mutlak diperlukan untuk meminimalkan perbedaan-perbedaan hasil uji baik dalam rangka pengujian mutu barang untuk dunia perdagangan maupun untuk uji profisiensi atau Round Robin dalam mekanisme proses kesepakatan saling pengakuan antar badan sertifikasi dan badan akreditasi secara nasional dan internasional. Tujuan penyeragaman akan terwujud dengan menyajikan suatu standar acuan yang terstruktur oleh dasar teoritis yang dapat menjamin ketelitian dan bersumber dari acuan yang telah banyak digunakan secara internasional.

Standar cara uji ini disusun berdasarkan hasil pembahasan rapat teknis, rapat pra konsensus dan terakhir dirumuskan dalam Rapat Konsensus tanggal 26 Pebruari 1998 di Jakarta yang dihadiri wakil-wakil produsen, lembaga peneliti dan instansi terkait lainnya.

Standar cara uji ini disusun oleh Team Teknis PT Succofindo bekerjasama dengan Pusat Standardisasi Departemen Perindustrian dan Perdagangan.

Cara pembuatan larutan alkali standar dan standardisasi normalitasnya

1 Ruang lingkup

Standar ini meliputi acuan, definisi, cara pembuatan larutan standar alkali dan standardisasi normalitasnya.

2 Acuan

A.O.A.C. Official method of analysis 1995 yang bersumber dari National Standard and Technology (N.I.S.T.) USA.

3 Definisi

Larutan standar alkali adalah larutan yang mengandung basa tunggal (dalam standar ini adalah NaOH, yang normalitasnya dibakukan terhadap standar material bersertifikat kalium biphthalat.

4 Cara pembuatan larutan standar NaOH

4.1 Peralatan

- Gelas piala 2 liter yang tahan terhadap NaOH pekat (terbuat dari bahan Boro silikat).
- Botol plastik tertutup 1 liter.
- Pengaduk magnetis.
- Timbangan kasar.
- Gelas ukur 500 ml.
- Eksikator berisi CaO padat.

4.2 Bahan kimia

- NaOH padat p.a.
- Air suling bebas CO_2 .
(Didihkan air suling selama 20 menit dan dinginkan di dalam eksikator berisi CaO padat)

4.3 Pembuatan larutan NaOH pekat bebas karbonat.

- Tuangkan 500 ml air suling bebas CO_2 ke dalam gelas piala 2 liter dan letakkan diatas pengaduk magnetis dan aduk dengan kecepatan sedang.
- Timbang 500 gram NaOH padat masukkan ke dalam air suling secara bertahap hingga larut semua, dinginkan hingga suhu kamar dalam keadaan tertutup, tuangkan ke dalam botol plastik dan tutup dengan baik.
- Biarkan padatan Na_2CO_3 mengendap sempurna (4-6 hari) hingga diperoleh larutan jernih.

4.4 Pembuatan larutan NaOH standar.

Encerkan larutan bening NaOH pekat bebas karbonat (3.3) dengan air suling bebas CO_2 untuk membuat 1 liter larutan dengan kepekatan sesuai tabel.

Tabel 1

Pembuatan larutan NaOH

Normalitas yang diinginkan	ml NaOH pekat yang diambil dan dijadikan 1 liter
0.1 N	5.4
0.5 N	27.0
1.0 N	54.0

Untuk membuat larutan NaOH dengan normalitas selain diatas, encerkan larutan NaOH pekat dengan perbandingan yang sesuai.

5 Standardisasi normalitas larutan NaOH

5.1 Peralatan

- a) Neraca analitis dengan ketelitian 0,1 mg
- b) Erlenmeyer 300 ml
- c) Buret kapasitas 50 ml
- d) PH meter dengan gelas elektrode (alternatif) dan di kalibrasi dengan larutan buffer standar
- e) Eksikator berisi H_2SO_4 pekat

5.2 Bahan kimia dan pereaksi

5.2.1 Standar murni kalium biphthalat kering, bersertifikat

Gerus dan saring hingga lolos ayakan 100 mesh, keringkan 2 jam pada 120°C dan dinginkan dalam eksikator berisi H_2SO_4 pekat

5.2.2 Larutan pembanding indikator titik setara pH 8.6

Larutan indikator fenol fithaline 1% (1 gram fenol fithaline dalam 100 ml etanol 96%).

5.3 Cara standardisasi

- a) Timbang dengan teliti kalium biphthalat kering sesuai kebutuhan untuk 40 ml larutan penitar sesuai tabel 2.

Tabel 2
Perkiraan berat kalium bipthalat untuk standardisasi
larutan NaOH

Perkiraan normalitas	Gram K. bipthalat
0,1 N	0,817
0,5 N	4,084

- b) Larutkan dalam 40 ml air suling untuk titrasi < 0,1 N dan dalam 100 ml air suling untuk titrasi 0,1 N s/d 0,5 N.
- c) Tambahkan 3 tetes indikator fenol phthalein atau gunakan pH meter.
- d) Titrasi dengan larutan NaOH yang sedang distandardisasikan hingga terjadi perubahan warna dari tidak berwarna menjadi merah muda.
- e) Lakukan titrasi air suling dengan vol. dan indikator yang sama.

$$\text{Normalitas larutan NaOH} = \frac{\text{mg kalium bipthalat}}{(a - b) \times 204.229}$$

Keterangan :

- a adalah ml NaOH untuk titrasi standar
- b adalah ml NaOH untuk titrasi blanko

BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.or.id

SNI

Standar Nasional Indonesia

SNI 06-4993-1999

Cara uji
kadar Cr_2O_3 dan basisitas dalam bahan
penyamak krom



Badan Standardisasi Nasional - BSN

Daftar isi

Halaman

Pendahuluan	i
Daftar isi	ii
1. Ruang lingkup	1
2. Acuan	1
3. Definisi	1
4. Pengambilan contoh	1
5. Cara penyiapan contoh uji	1
6. Cara uji	2

Pendahuluan

Standar Nasional Indonesia (SNI) Cara uji kadar Cr_2O_3 dan basisitas dalam bahan penyamak krom disusun dalam rangka untuk melengkapi cara uji produk kulit.

Standar cara uji ini disusun berdasarkan hasil pembahasan rapat teknis, rapat pra-konsensus dan terakhir dirumuskan dalam rapat konsensus tanggal 24 Pebruari 1998 di Jakarta yang dihadiri wakil-wakil produsen, lembaga peneliti dan instansi terkait lainnya.

Standar cara uji ini disusun oleh Tim Teknis Balai Besar Penelitian dan Pengembangan Industri Barang Kulit, Karet dan Plastik Yogyakarta.

Cara uji kadar Cr_2O_3 dan basisitas dalam bahan penyamak krom

1 Ruang lingkup

Standar ini meliputi acuan, definisi, pengambilan contoh, cara menyiapkan contoh uji dan cara uji kadar Cr_2O_3 dan basisitas dalam bahan penyamak krom.

2 Acuan

- Determination of mineral tanning agents, volume IV, 1984. Merril. H.B dalam O'Flaherty.

3 Definisi

Kadar Cr_2O_3 dalam bahan penyamak krom adalah jumlah Cr_2O_3 yang terdapat dalam bahan penyamak krom, dinyatakan dalam persen (%).
Basisitas bahan penyamak krom adalah perbandingan ekivalen Cr yang terikat pada OH dengan jumlah Cr yang terdapat dalam bahan penyamak krom, dinyatakan dalam persen (%).

4 Pengambilan contoh

Sesuai SNI 19-0428-1989. Petunjuk pengambilan contoh padatan.

5 Cara penyiapan contoh uji

Larutan uji diperkirakan mengandung 1 gram Cr/liter larutan. Timbang kira-kira 3 gram cuplikan yang berbentuk padatan, larutkan menjadi 500 ml dengan air suling dalam labu ukur, tepatkan sampai tanda, kocok hingga homogen. Apabila padatan sukar larut, panaskan lebih dahulu.

6 Cara uji

6.1 Prinsip

Pengujian kadar Cr_2O_3 dalam bahan penyamak krom dilakukan dengan mengoksidasi garam krom dengan H_2O_2 atau Na_2O_2 dalam suasana alkali sehingga menjadi Cr valensi 6 kemudian diuji secara Iodometri. Basisitasnya diuji dengan cara Alkalimetri.

6.2 Bahan

6.2.1 Larutan natrium hidroksida (NaOH) 1N dan 0.1N

6.2.2 Larutan Hidrogen peroksida (H_2O_2) 3 % atau Natrium peroksida (Na_2O_2) kristal

6.2.3 Larutan Asam Klorida (HCl) 4N

6.2.4 Larutan Kalium Iodida (KI) 1N

6.2.5 Larutan Natrium thiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) 0.1N

6.2.6 Larutan Amilum 1 %

6.1.7 Larutan Phenolphthalein (PP) 1 %

6.2.8 Air suling

6.3 Peralatan

6.3.1 Neraca analitis dengan ketelitian 0.1 mg

6.3.2 Pipet volume 25 ml

6.3.3 Erlenmeyer sumbat asah dan erlenmeyer biasa 500 ml

6.3.4 Buret 50 ml

6.2.5 Gelas ukur 100 ml

6.2.6 Labu ukur 500 ml

6.2.7 Kompor listrik

6.4 Prosedur

6.4.1 Uji kadar Cr_2O_3

6.4.1.1 Ambil dengan pipet volume sebanyak 25 ml larutan contoh uji, masukkan dalam erlenmeyer sumbat asah 500 ml.

6.4.1.2 Tambahkan 10 ml NaOH 1N.

6.4.1.3 Tambahkan 10 ml H_2O_2 3% atau \pm 3 gram Na_2O_2 (sampai warna kuning).

6.4.1.4 Tambahkan 200 ml air suling dan beberapa butir batu didih.

6.4.1.5 Didihkan untuk menghilangkan kelebihan H_2O_2 (gelembung didih menjadi besar) kemudian dinginkan.

6.4.1.6 Tambahkan 10 ml HCl 4 N (warna kuning menjadi sindur).

6.4.1.7 Tambahkan 10 ml KI 1N, tutup rapat dan simpan di tempat gelap selama 10 menit.

6.4.1.8 Titar dengan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.1N menggunakan indikator amilum.

6.4.2 Uji basisitas

6.4.2.1 Siapkan air suling panas yang netral terhadap indikator PP dengan cara ambil air suling, tambah 2 tetes indikator PP, panaskan sampai mendidih, tambah tetes demi tetes larutan NaOH sampai warna merah muda yang tidak hilang pada keadaan panas.

6.4.2.2 Ambil 25 ml dengan pipet volume larutan contoh uji, masukkan dalam erlenmeyer 500 ml dan tambahkan indikator PP 1%.

6.4.2.3 Titar dengan NaOH 0.1N sampai warna merah muda.

6.4.2.4 Tambahkan 300 ml air suling panas yang netral terhadap indikator PP.

6.4.2.5 Teruskan penitiran dalam keadaan panas sampai warna merah muda.

6.4.2.6 Panaskan sampai mendidih, bila warna merah menghilang lanjutkan penitaran sampai warna merah muda tidak hilang (sama dengan warna pada langkah 6.4.2.1).

6.5 Perhitungan

6.5.1 Kadar Cr_2O_3

Hitung kadar Cr_2O_3 dengan rumus sebagai berikut :

$$\text{Kadar } \text{Cr}_2\text{O}_3 = \frac{500/25 \times A \times N_1 \times 0,0253}{W} \times 100\%$$

Keterangan :

A adalah volume natrium thiosulfat, ml
N₁ adalah normalitas natrium thiosulfat
W adalah berat contoh uji, gram

6.5.2 Basisitas

Hitung basisitas dengan rumus sebagai berikut :

$$\text{Basisitas} = \frac{(A \times N_1) - (B \times N_2)}{(A \times N_1)} \times 100\%$$

Keterangan :

A adalah volume natrium thiosulfat, ml
N₁ adalah normalitas natrium thiosulfat
B adalah volume natrium hidroksida, ml
N₂ adalah normalitas natrium hidroksida

6.6 Laporan hasil uji

6.6.1 Identifikasi lengkap dari bahan yang diuji.

6.6.2 Hasil perhitungan rata-rata minimal dua kali pengujian.

6.6.3 Setiap penyimpangan dan hal-hal lain yang dianggap penting selama pengujian perlu dicatat.



BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id